

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-117813

(43)Date of publication of application : 14.05.1993

(51)Int.CI. C22C 38/00  
C21D 8/00  
C21D 8/02  
C21D 9/46  
C22C 38/58  
F16J 15/08

(21)Application number : 03-112119

(71)Applicant : NISSHIN STEEL CO LTD  
TOYOTA MOTOR CORP

(22)Date of filing : 18.04.1991

(72)Inventor : HIROTSU SADAO  
UEMATSU YOSHIHIRO  
TAKEMOTO TOSHIHIKO  
HAYASHI SHIGETO  
SUGINO TOMOYUKI  
SHIBATA SHINJI

## (54) STAINLESS STEEL FOR METAL GASKET HAVING EXCELLENT FORMABILITY AND FATIGUE CHARACTERISTIC AND THIS MANUFACTURE

### (57)Abstract:

PURPOSE: To provide a stainless steel material for metal gasket having fatigue characteristic and high strength.

CONSTITUTION: This stainless steel is composed of by wt.%  $\leq 0.03\%$  C,  $>1.0\text{--}3.0\%$  Si,  $\leq 4.0\%$  Mn, 4.0–10.0% Ni, 13.0–20.0% Cr,  $\leq 0.30\%$  N,  $\leq 0.01\text{--}0.007\%$  O and adjusted so as to become 30–100M value according to  $M=330-(480 \times C\%)-(2 \times Si\%)-(10 \times Mn\%)-(14 \times Ni\%)-(5.7 \times Cr\%)-(5 \times Mo\%)-(14 \times Cu\%)-(320 \times N\%)$  and the balance Fe with the inevitable impurities. At the time of manufacturing the steel sheet by temper-rolling after annealing through hot-rolling process and cold-rolling process to this steel material, this sheet is made to fine grain structure composed of substantially austenitic phase having  $\leq 10\mu\text{m}$  crystal grain diameter with this annealing.

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-117813

(43)公開日 平成5年(1993)5月14日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>  
C 22 C 38/00  
C 21 D 8/00  
8/02  
9/46  
C 22 C 38/58

識別記号 庁内整理番号  
302 Z 7217-4K  
E 7412-4K  
D 7412-4K  
Q

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数7(全10頁) 最終頁に続く

(21)出願番号

特願平3-112119

(22)出願日

平成3年(1991)4月18日

(71)出願人 000004581

日新製鋼株式会社

東京都千代田区丸の内3丁目4番1号

(71)出願人 000003207

トヨタ自動車株式会社

愛知県豊田市トヨタ町1番地

(72)発明者 廣津 貞雄

山口県新南陽市野村南町4976番地 日新製  
鋼株式会社鉄鋼研究所内

(72)発明者 植松 美博

山口県新南陽市野村南町4976番地 日新製  
鋼株式会社鉄鋼研究所内

(74)代理人 弁理士 和田 慶治

最終頁に続く

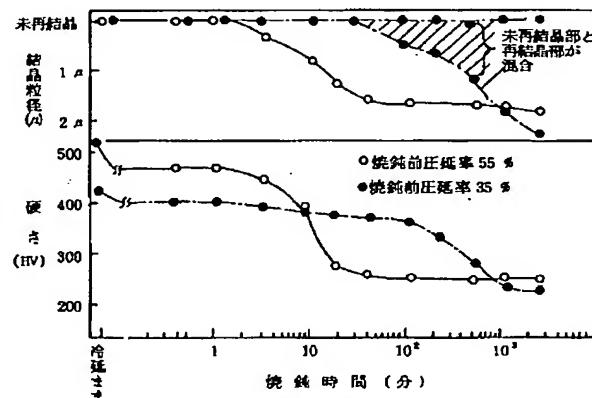
(54)【発明の名称】成形加工性および疲労特性に優れたメタルガスケット用ステンレス鋼およびその製造方法

(57)【要約】 (修正有)

【目的】 疲労特性に優れ且つ高強度のメタルガスケット用ステンレス鋼材料を提供する。

【構成】 重量%において, C: 0.03%以下, Si: 1.0%を越え~3.0%, Mn: 4.0%以下, Ni: 4.0%~10.0%, Cr: 13.0~20.0%, N: 0.30%以下, S: 0.01%以下, O: 0.007%以下を含み, かつ,  
 $M = 330 - (480 \times C\%) - (2 \times Si\%) - (10 \times Mn\%) - (14 \times Ni\%) - (5.7 \times Cr\%) - (5 \times Mo\%) - (14 \times Cu\%) - (320 \times N\%)$

の式に従うM値が30以上100以下となるように調整されており, 残部がFeおよび不可避的に混入してくる不純物からなる。この鋼材料を熱間圧延工程および冷間圧延工程を経たうえ焼鈍後に調質圧延して鋼板とするにさいし, 該焼鈍で結晶粒径が10μ以下の実質的にオーステナイト相からなる微細粒組織とする。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 重量%において、C:0.03%以下、Si:1.0%を越え~3.0%、Mn:4.0%以下、Ni:4.0%

$$M = 330 - (480 \times C\%) - (2 \times Si\%) - (10 \times Mn\%) - (14 \times Ni\%) - (5.7 \times Cr\%) - (320 \times N\%)$$

の式に従うM値が30以上100以下となるようにC, Si, Mn, Ni, Cr, N量が調整されており、残部がFeおよび不可避的に混入してくる不純物からなる成形加工性および疲労特性に優れたメタルガスケット用ステンレス鋼。

【請求項2】 重量%において、C:0.03%以下、Si:1.0%を越え~3.0%、Mn:4.0%以下、Ni:4.0%

$$M = 330 - (480 \times C\%) - (2 \times Si\%) - (10 \times Mn\%) - (14 \times Ni\%) - (5.7 \times Cr\%) - (5 \times Mo\%) - (14 \times Cu\%) - (320 \times N\%)$$

の式に従うM値が30以上100以下となるようにC, Si, Mn, Ni, Cr, Mo, Cu, N量が調整されており、残部がFeおよび不可避的に混入してくる不純物からなる成形加工性および疲労特性に優れたメタルガスケット用ステンレス鋼。

【請求項3】 Mn:0.5%以下、Si:0.004%以下、N:0.06~0.20%である請求項1または2に記載のステンレス鋼。

$$M = 330 - (480 \times C\%) - (2 \times Si\%) - (10 \times Mn\%) - (14 \times Ni\%) - (5.7 \times Cr\%) - (5 \times Mo\%) - (14 \times Cu\%) - (320 \times N\%)$$

の式に従うM値が30以上100以下となるようにC, Si, Mn, Ni, Cr, Mo, Cu, N量が調整されており、残部がFeおよび不可避的に混入してくる不純物からなるステンレス鋼を通常の熱間圧延工程および冷間圧延工程を経たうえ焼鈍後に調質圧延して鋼板とするにさいし、該調質圧延前焼鈍に先立ち圧延率50%以上の冷間圧延を施し、該調質圧延前焼鈍で結晶粒径が10μ以下の実質的にオーステナイト相からなる微細粒組織としてから該調質圧延を施すことを特徴とする成形加工性および疲労特性に優れたメタルガスケット用ステンレス鋼の製造方法。

【請求項5】 調質圧延は25~45%未満の圧延率で実施される請求項4に記載の製造方法。

【請求項6】 調質圧延前焼鈍は700°C以上1000°C以下の温度領域で行われる請求項4または5に記載の製造方法。

【請求項7】 調質圧延された鋼板は、所望のガスケット形状に成形加工後に300°C以上600°C以下の温度範囲で10秒間以上の時効処理が施される請求項4, 5または6に記載の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、成形加工性および疲労特性に優れたメタルガスケット用ステンレス鋼およびその製造方法に係り、詳しくは、高強度と成形加工性を必要としつつ加工部での疲労特性が要求される例えば自動車やオートバイ等のエンジンを構成するメタルガスケット、さらに従来耐熱性を必要とするためアスベストが使

~10.0%, Cr:13.0~20.0%, N:0.30%以下、S:0.01%以下、O:0.007%以下を含み、かつ、

$$M = 330 - (480 \times C\%) - (2 \times Si\%) - (10 \times Mn\%) - (14 \times Ni\%) - (5.7 \times Cr\%) - (320 \times N\%)$$

~10.0%, Cr:13.0~20.0%, N:0.30%以下、S:0.01%以下、O:0.007%以下を含み、更に、3.0%以下のMoまたは0.5~3.0%のCuを1種または2種および/またはTi, Nb, Vを0.1~1.0%の範囲でそれぞれ1種または2種以上を含み、かつ、

【請求項4】 重量%において、C:0.03%以下、Si:1.0%を越え~3.0%、Mn:4.0%以下、Ni:4.0%~10.0%, Cr:13.0~20.0%, N:0.30%以下、S:0.01%以下、O:0.007%以下を含み、場合によっては更に、3.0%以下のMoまたは0.5~3.0%のCuを1種または2種および/またはTi, Nb, Vを0.1~1.0%の範囲でそれぞれ1種または2種以上を含み、かつ、

用されてきた箇所でのガスケット、更にはオートファスナー等の加工部に繰返し変動応力が加わるばね部品等に好適なステンレス鋼およびその製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 従来、エンジンなど温度の上昇する部分でのガスケット材としてはアスベスト等が使用されてきたが、エンジンの高性能化やノンアスベストの法規制化の動きに対応してメタルガスケットが使用されつつある。このガスケットは接合面の気密を維持するに必要な諸特性を具備しなければならない。例えば自動車やオートバイ等のエンジンを構成する部材でのメタルガスケットではエンジン特有の高温、高圧および高振動下でしかも温度変化と圧力変化が繰り返されるために、これに対応できる特性を有している必要がある。また、漏れを防止するという観点から見れば類似の用途と言えるアスベストを包み込んだOリングでもノンアスベストの法規制化の動きに対応してメタル化が進んでおり、帯状のコイルを円筒状に巻き、さらにドーナツ型のOリング(メタルパッキン)に成形することが行われている。これらのメタルガスケットやメタルパッキン等の材料としては、冷間加工によって簡単に高強度が得られる加工硬化型の準安定オーステナイト系ステンレス鋼であるSUS301系鋼が主に用いられている。使用法としては、ガスケットでは板厚0.1~0.4mm程度の薄板を素材とし、例えばエンジンヘッドガスケットの場合では、燃焼室の周囲、および水孔、油孔の周囲に沿ったビードを形成したガスケットに成形し、このビードを締め付けたときに発生する

高面圧にてガス、水、油をシールするのが一般である。また、メタルパッキンでは帯状のコイルを円筒状に巻きさらにドーナツ型にしOリングとして接合面の気密を維持するのに用いられている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】例えば、シリンドーヘッドに使用されるメタルガスケットは特に圧縮時高圧がかかるため、ガスシール性を高めるためには高面圧を必要とする。このためビード成形高さを高くしたり、材料強度を高めたりすることで対応する必要がある。これに対応できる鋼としてはSUS301系鋼が挙げられ、前述のようにこれが使用されているが、SUS301系鋼では高強度を得るためにには強度な冷間加工を施す必要があり、そのため延性、加工性が低下し、ビード成形加工時にビード外側R部に割れが発生するという問題があった。このため、やむを得ず低い強度とする必要があった。材料強度を低くした場合、シール性を高めるためより高いビード成形加工を必要とするとともに、より面圧が高くなるようなビード形状とすることが要求された。したがって、

$$M = 330 - (480 \times C\%) - (2 \times Si\%) - (10 \times Mn\%) - (14 \times Ni\%) - (5.7 \times Cr\%) - (320 \times N\%)$$

の式に従うM値が30以上100以下となるようにC, Si, Mn, Ni, Cr, N量が調整されており、残部がFeおよび不可避的に混入してくる不純物からなる成形加工性および疲労特性に優れたメタルガスケット用ステンレス鋼、並

$$M = 330 - (480 \times C\%) - (2 \times Si\%) - (10 \times Mn\%) - (14 \times Ni\%) - (5.7 \times Cr\%) - (5 \times Mo\%) - (14 \times Cu\%) - (320 \times N\%)$$

の式に従うM値が30以上100以下となるようにC, Si, Mn, Ni, Cr, Mo, Cu, N量を調整した成形加工性および疲労特性に優れたメタルガスケット用ステンレス鋼を提供する。

【0005】そして、該ステンレス鋼からなるメタルガスケット用鋼板素材を工業的規模で有利に製造する方法として、前記の成分組成を有するステンレス鋼を通常の熱間圧延工程および冷間圧延工程を経たうえ焼鈍後に調質圧延して鋼板とするにさいし、該調質圧延前焼鈍に先立ち圧延率50%以上の冷間圧延を施し、該調質圧延前焼鈍で結晶粒径が10μ以下の実質的にオーステナイト相からなる微細粒組織としてから該調質圧延を施すことを特徴とする成形加工性および疲労特性に優れたメタルガスケット用ステンレス鋼の製造方法を提供する。そのさい、調質圧延は25~45%未満の圧延率で行なうのが有利であり、調質圧延前焼鈍は700°C以上1000°C以下の温度領域で行う。また調質圧延された鋼板は、所望のガスケット形状に成形加工後に300°C以上600°C以下の温度範囲で10秒間以上の時効処理を施すことによって一層高強度を発現する。

【0006】【発明の詳述】先ず、本発明鋼における各成分の含有量範囲についてその限定理由の概要を説明する。Cはオーステナイト生成元素で、高温で生成するδ

材料強度を低くした場合にもビード肩R部の両面（内側R部、外側R部）にミクロクラックや割れが発生し、使用中にミクロクラックを起点に割れが発生し、耐シール性が低下すると言うような問題が生じてくる。ガスケットとしての特性を十分満足しないという問題があった。また、メタルパッキンでも同様に円筒状に加工する際にミクロクラックが発生し、使用中に振動による応力変動でミクロクラックを起点に割れが発生するという問題もある。本発明はこのような成形加工によって発生するミクロクラックからの割れ発生の問題の解決を意図し、メタルガスケットとして優れた特性を有する材料の開発を目標としたものである。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】本発明によれば、重量%において、C: 0.03%以下、Si: 1.0%を越え~3.0%、Mn: 4.0%以下、Ni: 4.0%~10.0%、Cr: 13.0~20.0%、N: 0.30%以下、S: 0.01%以下、O: 0.007%以下を含み、かつ、

びに、この鋼にさらに、3.0%以下のMoまたは0.5~3.0%のCuを1種または2種および/またはTi, Nb, Vを0.1~1.0%の範囲でそれぞれ1種または2種以上を含有させ、

フエライトの抑制、冷間加工で誘発されたマルテンサイト相の強化に極めて有効であるが、本発明鋼のごとく調質圧延後より良い成形加工性を得るためにには冷間加工による強化があり著しいと、成形加工性に劣るようになる。またあまりCを高くすると調質前焼鈍、あるいは時効処理条件によっては炭化物の析出を伴うおそれがある。このため、Cは0.03%以下とした。

【0007】Siは脱酸剤として有効であるが、脱酸効果という面からは1.0%を越えて添加してもその効果は変わらずむしろコスト上昇を招く。しかしSiは冷間加工の際に生ずる加工誘起マルテンサイト相を緻密にし、延性、韌性を高めると共に冷間加工後の時効処理による強度上昇を高める上で非常に有効に働く。すなわち冷間加工後の強度レベルを低くかつ高延性に保った状態でも時効処理後高強度かつ高延性が得られる。この効果を得るためにには少なくとも1.0%を越えるSiを必要とする。しかし、あまり高くすると多量のδフエライトを生成すると共に強度上昇に及ぼす効果も飽和状態になる。この点を考慮するとSiの上限は3.0%となる。

【0008】Mnは脱酸剤としても有効に働くがオーステナイト相の安定度を支配する元素で、その活用は他の元素とのバランスのもとに考慮される。本発明鋼では4.0%までのMn量での活用が図られる。ただ本発明鋼では

高強度かつ成形加工性が重要視され、特に成形加工性が厳しいものではMn量は0.5%未満とし、MnS等の介在物の生成を極力避けることが好ましい。

【0009】Crは耐食性上必須の成分である。意図する耐食性および耐熱性を付与するためには少なくとも13%以上必要とする。しかし、Crはフェライト生成元素であるため、高くしすぎると高温でδフェライトが多量に生成してしまう。そこでδフェライト相抑制のためにオーステナイト生成元素(C, N, Ni, Mnなど)をそれに見合った量で添加しなければならなくなるが、オーステナイト生成元素を多く添加すると室温でのオーステナイト相が安定し、冷間加工あるいは時効処理後、高強度が得られなくなる。このようなことからCrの上限は20%とした。

【0010】Niは高温および室温でオーステナイト相を得るために必須の成分であるが、本発明の場合、室温で準安定オーステナイト相にしてより良好な成形性を得るために、低い冷間加工で適度なマルテンサイト相を誘発させ、高強度が得られるようにしなければならない。本発明ではNiを4%より低くすると高温で多量のδフェライト相が生成し、かつ室温でオーステナイト相以外にマルテンサイト相が生成しやすくなる。また10%を超えると冷間加工でマルテンサイト相が誘発されにくくなる。このためNi量は4.0~10.0%とした。より好ましくは5.0~8.0%とする。さらに耐久性耐熱性の面からも4.0%以上のNiの添加は有利である。しかし10%を超えて添加してもその効果も飽和状態となる。この面からもNiは4.0~10.0%が好ましい。

【0011】Moは鋼のベース硬さを上昇させるとともに時効処理後の硬さを上昇させ高強度を得る上で有効に作用する。しかしフェライトフォーマーであるために多量に添加するとδフェライト相を晶出させ、かえって強度低下の要因となるので上限を3.0%とした。

$$M = 330 - (480 \times C\%) - (2 \times Si\%) - (10 \times Mn\%) - (14 \times Ni\%) - (5.7 \times Cr\%) - (5 \times Mo\%) - (14 \times Cu\%) - (320 \times N\%) \quad \dots (1)$$

(1)式の各成分の定数は、本発明材料の開発中に実験室的に確認されたものである。このM値はオーステナイト安定度の指標となるもので、30未満の値では冷間圧延あるいは時効処理後高強度を得るために、室温で70%以上の強加工を施す必要があり延性が低下する。したがって成形加工性の面から30以上とする。また100を超えると低い冷間加工で著しくマルテンサイト相を生成するため成形加工性を維持することが困難となる。このため10以下とする。このようにして本発明は、冷間加工後の成形加工性をできるだけ高めるべく、冷間加工によって生ずるマルテンサイト相を低い冷間加工で適量生成するように成分バランスさせ、また時効処理後できるだけ高強度が得られるように考慮し、また後述の低温あるいは短時間の再結晶焼鈍中(調質圧延前の微細結晶処理)にCr炭化物の析出を避けるためCを下げ、このC低下に

【0012】Cuは時効処理の際、Siとの相互作用により鋼を硬化させるものであるが、少ないとその効果は小さく、多すぎると熱間加工性を阻害し割れの要因となる。このため0.5~3.0%とした。

【0013】Ti, Nb, Vは時効処理後の硬さを上昇させる上で有効に作用する。この作用を発現させるためには0.1%以上の添加を必要とする。しかし必要以上に添加すると、多量の非金属介在物を生成し疲労強度の低下、表面清浄の悪化につながるのでそれの上限を1.0%とする。

【0014】NはCと同様にオーステナイト生成元素であると共に、オーステナイト相およびマルテンサイト相を硬化するのに有効な元素である。またCに比べ析出物を形成しにくいため、耐久性の面からも有効である。このため適度な冷間加工硬化能を付与するためにCに代えて添加する。しかし、多量に添加するとプローホールの原因となるので0.30%以下とした。なおその添加量は時効硬化に寄与するSiやCu量によっても異なるが、より好ましくは0.06~0.20%である。

【0015】SはMnとの共存のもとにMnSを生成し、延性および曲げなどの加工性の低下をもたらすので0.010%以下とする。なお薄板で成形加工の厳しい領域ではさらにMnおよびSは低い方が好ましく、Mn量は0.5%未満、S量は0.004%以下が好ましい。

【0016】Oは疲労破壊の起点となる非金属介在物を形成しやすい元素でありAl, Tiなどの親和力の大きい元素を含むときは特に顕著となる。このためOは低いほど好ましいが0.007%以下であれば目標は達成できる。このためOは0.007%以下とした。

【0017】M値: 30以上100以下について。C, Si, Mn, Ni, Cr, Mo, CuおよびNについて上記の範囲で含有させるが、下記(1)式に従うM値が30以上100以下となるように各成分を調整する。

伴う強度低下(加工硬化の低下分)をNの添加で補うと共にN添加鋼による時効硬化と微細結晶処理による時効硬化度の上昇を有効に活用するようにし、より高強度が発現できるようにした点に特徴がある。そして微細結晶化と適量のSiを添加することにより低い調質圧延率でも微細かつ緻密に加工誘起マルテンサイト相(α'-相)を分布させることができること、そしてNの添加は時効による強度上昇が大きいことなどの知見事実から、調質圧延率を低く保つことを可能にし、これによって成形加工性を改善したところに特徴がある。

【0018】なお、これらの成分以外に本発明鋼には脱酸剤として添加されるCaやREM(希土類元素)、熱間加工性改善に効果のあるB(0.01%以下)等を必要に応じて含有することができ、また不可避的に混入する不純物を含有することができる。但しAlは高強度かつ疲労強

度の高いものが要求される場合は使用しないか、あるいは鋼中に非金属介在物を形成しない程度の量とすることが望ましい。

【0019】上述の範囲に調整された本発明鋼は、その組織状態は溶体化処理状態で実質的にはオーステナイト組織を呈する。この組織状態の鋼に50%を超える冷間圧延を加え700~1000°Cの温度で調質前焼鈍を行うことにより均一な微細結晶組織を得ることができる。そして、この微細結晶組織の状態で調質圧延を施すことでメタルガスケット材としての特性を得ることができる。またガスケットへの成形加工の前または後に300°C以上600°C以下の温度範囲に10秒以上保持する時効処理を施せば硬さならびに強度は一層高くなり、メタルガスケット等での耐久性を一層向上させることができる。

【0020】次に本発明に従う製造条件について説明する。従来の製造法により得られる鋼は一般的に結晶粒径は25μ前後ものであり、調質圧延後の成形加工において、後述の実施例で示すように加工部で結晶粒界や加工歪により発生したスリップバンド部分より、ミクロクラックが発生しメタルガスケット等の加工部品での寿命を短くしている。本発明の製造法によれば、まず調質前焼鈍を行う前の冷間圧延において50%を越える減面率(冷延率)を付与し、調質前焼鈍において、後述の実施例で示すように短時間で均一でかつ微細な結晶粒を得、調質前焼鈍状態での強度レベルを高めることで低い調質圧延率でも十分な強度特性が得られる。このため成形加工性に優れた鋼板となり、これを成形加工しても表面肌荒れやミクロクラックの発生のない加工部品が得られ、加工部品の寿命を著しく長くすることができる。また、調質圧延後の時効処理による強度上昇もSiおよびN添加と微細結晶処理により従来法に比べ大きく、時効処理後同一強度を得んとすれば、調質圧延後の強度レベルは低くすることが可能でさらに成形加工性に優れたものを提供することができる。

【0021】ここで特に調質圧延前焼鈍を700°C以上100°C以下としているが、これは700°C未満では微細結晶粒を得るのに長時間を要し工業的でないこと、さらに1000°Cを超える温度では再結晶および粒成長が著しく10μ以下の結晶粒を安定して得ることが難しいからである。この焼鈍は工業的規模での連続焼鈍ラインで実施することができる。

【0022】調質圧延率については調質前焼鈍後の強度レベルやオーステナイト相の安定度などに支配され、これに応じて種々変化させることができるが、本質的には実施例に示されるごとく従来鋼よりも低い圧延率で目標強度は達成され、25%以上45%未満が適当と考えられる。

【0023】時効処理については、メタルガスケットなどの加工部品としての強度特性を得るために300°C以上600°C以下の温度範囲が好ましい。この下限300°Cはこ

れ未満の温度では目標の強度レベルを得るのに長時間を要し経済的でないこと、また上限温度を600°Cとするのは、これより高温では強度が上昇する以前に大幅な回復の進行が起こり、メタルガスケットとして要求される強度が得られないからである。時効処理時間を10秒以上とするのは、これより短時間では十分な強度特性が得られないためである。時効処理時間の上限は特に限定されないが、製造コスト面から考えると1時間前後が好ましい。

【0024】以上のように本発明によれば、前述の成分組成を採用したうえ、その鋼帯の製造に際して調質前焼鈍の前に50%を越える冷間加工を施し、700°C~1000°Cの温度範囲で再結晶粒径が10μ以下、実質的には1~5μとなるような処理条件で調質前焼鈍を連続焼鈍炉にて行い、そして調質圧延を施すことによって従来材と同等またはそれ以上の強度を得ながら、従来材では得られなかった成形加工性に優れたメタルガスケット用材料が得られる。すなわち前述の成分組成と微細結晶粒処理の採用によって、高強度かつ成形加工性を必要とするメタルガスケットの加工部のミクロクラックの発生を防止し、且つメタルガスケットとしての使用寿命をも改善することができる。

【0025】なお、本発明鋼は固溶状態で準安定オーステナイト相を呈するので、調質前焼鈍より前の工程は従来材と同要領で製造することができる。もっとも、安定した微細結晶粒を得るためにには調質前焼鈍を行う前に50%を越える冷間圧延を施す必要があることは既述のとおりである。以下に実施例を挙げて本発明の効果を具体的に示す。

#### 【0026】

【実施例】表1に示す成分(重量%)の本発明鋼(N1~9)、従来鋼(A)および比較鋼(a, b, c)を通常の大気溶解炉で溶製し、熱間圧延を施した後、冷延、焼鈍、酸洗を行い、最終調質圧延後の板厚を0.25mmとした。これを冷延ままのサンプルとして採取した。さらに該鋼板に400°Cで30分間の時効処理を施し、これを時効処理後のサンプルとした。なお、各鋼についての調質前焼鈍の前の冷間圧延率、調質前焼鈍条件、および調質圧延率の詳細は表2に示した。

【0027】採取した各サンプルについて引張試験を行なうと共に、時効処理前の冷延ままのサンプルについては成形加工性の試験を、また時効処理後のサンプルについてさらに疲労試験を行なった。それらの結果を表2中に併記した。なお表2中のΔTSは時効処理前後の引張強さ(TS)の差である。また表2中には調質前焼鈍した状態での結晶粒径(μ)を併せて示した。なお、成形加工性試験は図4に示す形状に試験片を成形加工したときの外側R部と内側R部(R=0.2)を観察し、ミクロクラックなし(○印)、微細なミクロクラック有り(△印)、割れあり(×)で評価した。また疲労試験は、図4のWビー

D形状に成形加工した試験片に対し、図5に示したように、荷重負荷無しの状態Aから荷重負荷状態Bに圧縮を行なう圧縮繰り返し疲労試験を100万回繰り返した後

の、割れなし(○印)と割れあり(×印)で評価した。

【0028】

【表1】

区分	試料No.	C	Si	Mn	S	Ni	Cr	Cu	N	Mo	Ti	Nb	V	O	M値
本発明鋼	N1	0.023	1.73	0.21	0.002	7.83	17.21	—	0.102	—	—	—	—	—	73.0
	N2	0.015	2.65	0.43	0.003	8.54	16.87	—	0.090	—	—	—	—	—	68.7
	N3	0.028	1.56	0.36	0.004	6.74	16.55	2.13	0.073	—	—	—	—	—	68.0
	N4	0.018	1.95	0.47	0.002	6.98	16.15	—	0.136	1.57	—	—	—	—	71.6
	N5	0.023	2.16	0.26	0.002	6.87	16.43	1.88	0.086	1.68	—	—	—	—	60.0
	N6	0.022	2.13	0.41	0.003	8.13	16.53	—	0.069	—	0.35	—	—	—	81.0
	N7	0.026	1.78	0.54	0.003	7.18	16.25	0.98	0.095	0.74	—	0.39	—	—	67.6
	N8	0.017	1.64	0.33	0.002	6.97	16.43	1.33	0.105	—	—	0.41	—	—	71.8
	N9	0.021	2.55	0.47	0.003	7.95	17.34	—	0.085	—	—	—	—	—	72.8
従来鋼	A	0.110	0.55	1.05	0.009	7.03	17.30	—	0.021	—	—	—	—	—	61.8
比較鋼	a	0.025	0.47	1.05	0.007	8.43	16.87	—	0.015	—	—	—	—	—	87.6
	b	0.028	0.85	1.55	0.011	9.54	18.89	—	0.110	—	—	—	—	—	22.9
	c	0.020	1.55	0.65	0.006	5.75	15.35	—	0.075	—	—	—	—	—	118.8

【0029】

【表2】

区分	試料No.	製造方法	調質前 圧延率	調質前 焼純	調質前 率	結晶 粒径	冷延のまま			時効処理後(400°C × 30分)				
							F	R	引張強さ (kg/mm <sup>2</sup> )	伸び (%)	引張強さ (kg/mm <sup>2</sup> )	伸び (%)	△TS (kg/mm <sup>2</sup> )	疲労試験結果 (100万回後)
本発明鋼例	1 N 1	本発明法	60	950	45.0	7.0	○	○	148.4	6.5	178.5	3.5	30.1	○
	2 N 1	本発明法	65	800	42.5	3.0	○	○	147.0	9.5	177.0	6.3	30.0	-
	3 N 2	本発明法	60	800	40.0	4.0	○	○	147.0	9.5	180.0	5.3	33.0	○
	4 N 3	本発明法	65	700	40.0	1.5	○	○	148.8	5.5	184.3	2.2	35.5	○
	5 N 4	本発明法	60	900	37.5	4.0	○	○	142.5	8.0	176.0	4.3	33.5	○
	6 N 5	本発明法	60	950	35.0	5.0	○	○	138.5	11.3	175.5	7.5	37.0	○
	7 N 6	本発明法	65	950	35.0	2.5	○	○	137.8	12.5	183.0	3.0	45.2	○
	8 N 7	本発明法	60	900	32.5	3.0	○	○	136.3	14.0	175.0	6.5	38.7	-
比較例	9 N 8	本発明法	60	900	37.5	3.5	○	○	144.8	6.0	182.5	2.5	37.7	○
	10 N 9	本発明法	65	950	40.0	3.5	○	○	145.5	6.5	178.5	2.0	33.0	○
	11 N 1	従来法	60	1050	57.5	33.0	△	×	160.0	2.5	187.3	1.0	27.3	×
	12 N 1	従来法	55	1050	40.0	28.0	△	○	135.5	6.5	161.0	2.5	25.5	-
従来鋼	13 N 3	比較法	30	800	40.0	選粒	△	○	143.0	6.5	174.3	1.7	31.3	×
	14 A	従来法	65	1050	65.0	25.0	△	×	165.5	1.9	182.5	0.5	17.0	×
比較鋼	15 A	従来法	65	1050	40.0	28.0	△	○	150.0	5.3	164.0	1.7	14.0	×
	16 a	本発明法	60	800	65.5	3.5	○	×	159.5	1.2	177.7	0.8	18.2	×
	17 b	本発明法	60	800	75.0	4.0	○	×	153.5	0.9	169.5	0.4	16.0	×
本発明法	18 c	本発明法	60	900	20.0	4.0	△	×	155.0	3.5	184.0	0.5	29.0	×

注1) 成形加工性のF, Rは図4に示す形状に加工した時のR部を示す。R部: 内側R部, R: 外側R部, ○: ミクロクラックなし, △: ミクロクラック有り, ×: 割れ有り。  
 注2) 壓縮繰返し疲労試験後の割れの有無。○: 割れ無し, ×: 割れ有り。

【0030】表2の結果から次のことが明らかである。なお、なおメタルガスケット材としては高強度であることが望ましく、ここでは時効処理後の引張強さで少なくとも175kg/mm<sup>2</sup>前後の強度を目標とする。

【0031】本発明に従う実施例No.1~10では、すなわ

ち成分組成と製造条件が本発明で規定する範囲の微細結晶処理材では、いずれの鋼も成形加工時ミクロクラックあるいは割れを発生することなく、しかも時効処理後十分な引張強さを有している。本発明鋼(N1)でも従来法による製造では、比較例No.11で示すように時効処理

後高強度を得るために、時効処理前の調質圧延率を高める(57.5%)必要があり、成形加工時内側(F)および外側(R)R部ともにミクロクラックが発生する。また、比較例No.12のように成形加工性を高めるために調質圧延率を下げれば(40%)、外側(R)R部には割れを発生することなく成形できるが、内側R部(F)にはミクロクラックが発生する。したがっていずれもメタルガスケットとしての特性が劣るし、さらにいずれの場合も $\Delta TS$ が本発明例に比べ低いことが認められる。

【0032】比較例No.13は、本発明鋼(N3)について、調質前焼鈍の圧延率が本発明法で規定する範囲より低いものについての例であるが、本発明に従う微細結晶処理を施しても混粒となり内側(F)R部には微細なミクロクラックが発生する。

【0033】比較鋼No.16は本発明鋼よりもNが低く外れている鋼(a)に対して本発明法で製造したものであるが、時効処理後高強度を得るために、C、Nが低く加工硬化が小さいために時効処理前の調質圧延率を高める必要がある。このため、内側(F)R部にはミクロクラックは発生しないが、外側(R)R部で割れが発生する。

【0034】比較鋼No.17は、本発明鋼よりM値が低く外れている鋼(b)に対して本発明法で製造したものであるが、M値が低いため加工硬化が小さく、時効処理後高強度を得ようとすると比較鋼(a)と同様な結果をもたらす。

【0035】比較鋼No.18は、本発明鋼よりM値が高くはずれている鋼(C)に対して本発明法で製造したものであるが、M値が高いので、低い圧延率でも多量のマルテンサイト量が生成するため曲げ加工性が劣り、本発明の目的は達成されない。

【0036】また従来鋼No.14のように時効処理後180kg/mm<sup>2</sup>前後の引張強さを得ようとすると、時効処理前の成形加工後は内側(F)、外側(R)のR部とともにミクロクラックや割れが発生する。従来鋼No.15のように時効処理後の引張強さを165kg/mm<sup>2</sup>前後となるように調質圧延率を低下させても結晶粒径が大きいため内側(F)R部にミクロクラックが発生する。

【0037】図1は、比較例No.11について前記の成形加工後の内側(F)R部の表面状態を示した写真であるが、多くのミクロクラックの発生が認められる。図2は本発明例No.1についての該成形加工後の内側(F)のR部の同様の写真であるが、ミクロクラックの発生は認められない。

【0038】これらの成形加工時の表面状態が疲労特性に及ぼす影響を調査するため、図4に示す形状のW型ビ

ード形状を付与した試験片を負荷変動フランジに挟んで、図5に示すようにA→Bの圧縮繰返し変動を100万回与えた後の割れ発生の有無を調べ、表2にその試験結果を併記したが、表2の結果より本発明による鋼および方法で製造したものでは割れは発生せず、同一条件の疲労試験では内側(F)R部ならびに外側(R)R部のミクロクラックや割れが発生するものはいずれも疲労試験により割れ発生し、疲労寿命に大きく影響していることが認められる。

【0039】図3は微細再結晶特性に及ぼす焼鈍時間の影響を示したものである。処理温度は700°Cである。供試材はいずれも本発明鋼のN1である。焼鈍前(本発明でいう調質前焼鈍)の冷間圧延率を35%(●印)施したものと、55%(○印)施したものではその再結晶特性が異なる。焼鈍前の冷間圧延率が本発明範囲である55%のものでは、10分前後から硬さは急速に軟化し、20分では十分再結晶していることが認められた。しかしながら、35%冷延材では軟化するのに300分前後を必要とし、しかも再結晶も部分的に起こり、未再結晶部分を含む混合組織となって均一で微細な再結晶組織のものが得難かった。

【0040】

【発明の効果】本発明によれば、成形加工性および疲労特性に優れたメタルガスケット用ステンレス鋼が得られる。本発明材料は従来のメタルガスケット用材であるSUS301に比べ、時効による強度上昇が大きいので時効処理前の強度を下げることができ、このため成形加工性に優れる。特に微細結晶粒を得る製造法の採用によって成形加工性を顕著に向上でき、またメタルガスケットとして使用した場合の寿命に対して、この成形加工性の向上が大きく寄与する。そして、かような特性をもつ本発明鋼の製造は従来設備を使用して行なうことができ、調質前焼鈍も連続焼鈍ラインで効果的に行なうことができるから、コスト的に有利に製造できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 比較例No.11の成形加工後の内側(F)R部の金属表面の写真である。

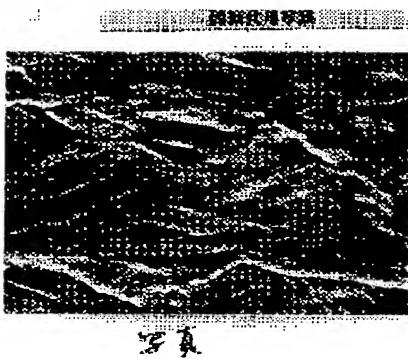
【図2】 本発明例No.1の成形加工後の内側(F)のR部の金属表面の写真である。

【図3】 成形加工性を評価したWビード形状を示す略断面図である。

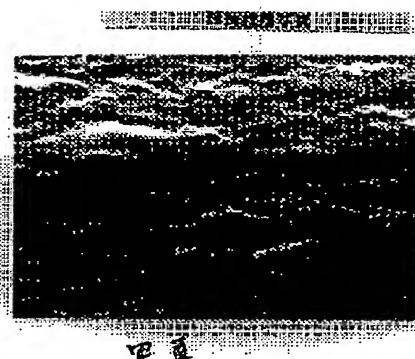
【図4】 Wビード加工付与材の圧縮繰り返し変動疲労試験法を説明するための断面図である。

【図5】 本発明鋼N1の焼鈍(調質前焼鈍)前の圧延率を35%と65%施した材料の700°Cでの焼鈍時間と硬さおよび結晶粒径との関係を示す図である。

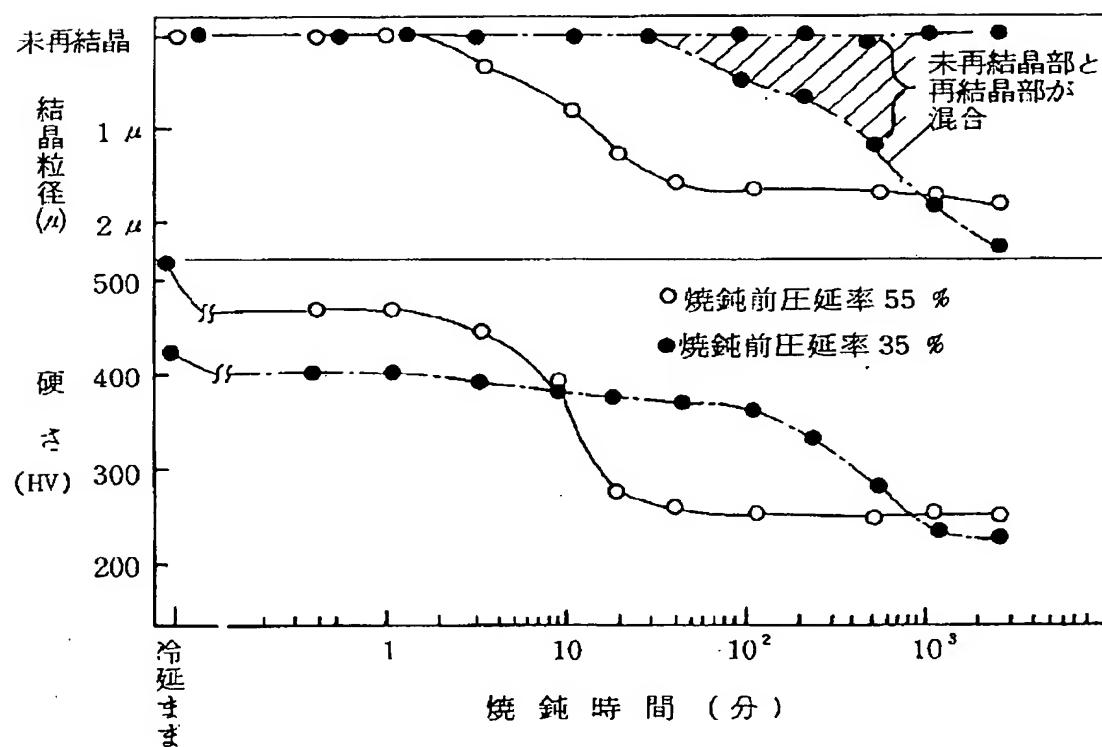
【図1】



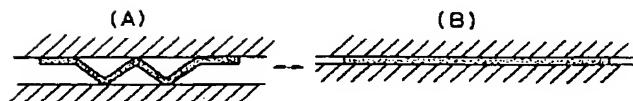
【図2】



【図3】

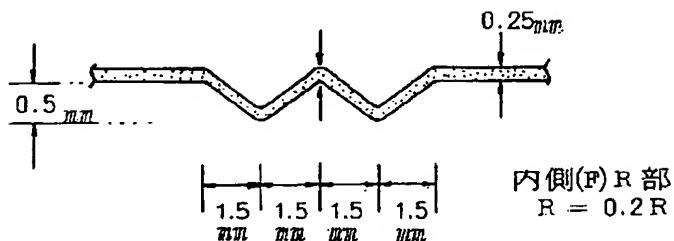


【図5】



【図4】

外側(R) R部



## 【手続補正書】

【提出日】平成4年10月14日

## 【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】図面の簡単な説明

【補正方法】変更

## 【補正内容】

## 【図面の簡単な説明】

【図1】 比較例 No.11の成形加工後の内側(F) R部の金属組織を示す写真である。

【図2】 本発明例 No.1の成形加工後の内側(F) R部の金属組織を示す写真である。

【図3】 成形加工性を評価したWビード形状を示す略断面図である。

【図4】 Wビード加工付与材の圧縮繰り返し変動疲労試験法を説明するための断面図である。

【図5】 本発明鋼N1の焼鈍(調質前焼鈍)前の圧延率35%と65%施した材料の700°Cでの焼鈍時間と硬さおよび結晶粒径との関係を示す図である。

## フロントページの続き

(51)Int.C1.5 F 16 J 15/08	識別記号 M 7233-3 J	府内整理番号 F I	技術表示箇所
(72)発明者 武本 敏彦 山口県新南陽市野村南町4976番地 日新製 鋼株式会社鉄鋼研究所内	(72)発明者 杉野 智幸 愛知県豊田市トヨタ町1番地 トヨタ自動 車株式会社内		
(72)発明者 林 茂人 山口県新南陽市野村南町4976番地 日新製 鋼株式会社鉄鋼研究所内	(72)発明者 柴田 新次 愛知県豊田市トヨタ町1番地 トヨタ自動 車株式会社内		